



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

REC'D 30 OCT 2000

WIPO PCT

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le

02 OCT. 2000

Par le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Directeur du Département des brevets

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE

1, rue de la Harpe, 100
75001 PARIS
Téléphone : 01 42 34 34 34
Fax : 01 42 34 34 35

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

Confirmation d'un dépôt par télécopie ☐

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales

Reservé à l'INPI

DATE DE REMISE DES PIÈCES **27 SEPT 1999**
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL **9912005**
DÉPARTEMENT DE DÉPÔT **75 INPI PARIS**
DATE DE DÉPÔT **27 SEP. 1999**

1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE
À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE

BRUDER Michel ou PUIROUX Guy
Conseils en Propriété Industrielle
CABINET BRUDER
46 Rue Decamps
75116 PARIS

n° du pouvoir permanent références du correspondant téléphone
SPX-FR-7 GP/ML 01 40 72 27 72

2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle

☒ brevet d'invention

☐ demande divisionnaire

☐ certificat d'utilité

☐ transformation d'une demande
de brevet européen

☐ demande initiale

☐ brevet d'invention

☐ certificat d'utilité n°

date

Établissement du rapport de recherche

☐ différé

☒ immédiat

Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance

☐ oui

☐ non

Titre de l'invention (200 caractères maximum)

" PROCÉDE ET INSTALLATION DE MISE A L'ETAT ADSORBE SUR UN
SUPPORT POREUX DE COMPOSES ACTIFS CONTENUS DANS UN PRODUIT "

3 DEMANDEUR (S) n° SIREN

code APE-NAF

Nom et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination

SEPAREx

Forme juridique

Société Anonyme

Nationalité (s) **Française**

Adresse (s) complète (s)

**5 Rue Jacques Monod
54250 CHAMPIGNEULLES**

Pays

FRANCE

En cas d'insuffisance de place, poursuivre sur papier libre ☐

4 INVENTEUR (S) Les inventeurs sont les demandeurs

☐ oui

☒ non

Si la réponse est non, fournir une désignation séparée

5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES

☐ requise pour la 1ère fois

☐ requise antérieurement au dépôt ; joindre copie de la décision d'admission

6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE

pays d'origine

numéro

date de dépôt

nature de la demande

7 DIVISIONS

antérieures à la présente demande n°

date

n°

date

8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE

(nom et qualité du signataire)

PUIROUX Guy
Mandataire agréé 93-3015

SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION

SIGNATURE APRÈS ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI

DÉSIGNATION DE L'INVENTEUR

(si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

DIVISION ADMINISTRATIVE DES BREVETS

26bis, rue de Saint-Petersbourg

75800 Paris Cedex 08

Tél. : 01 53 04 53 04 - Télécopie : 01 42 93 59 30

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

99/2005

TITRE DE L'INVENTION :

" PROCÉDE ET INSTALLATION DE MISE A L'ETAT ADSORBE SUR UN
SUPPORT POREUX DE COMPOSES ACTIFS CONTENUS DANS UN PRODUIT ".

LE(S) SOUSSIGNÉ(S)

BRUDER Michel ou **PUIROUX Guy**

Conseils en Propriété Industrielle

CABINET BRUDER

46 Rue Decamps

75116 PARIS

DÉSIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) (indiquer nom, prénoms, adresse et souligner le nom patronymique) :

PERRUT Michel

25, rue de Santifontaine

54000 NANCY

MAJEWSKI Wieslaw

4, terrasse des Vosges

54520 LAXOU

NOTA : A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) du (des) demandeur (s) ou du mandataire Paris, le 27 Septembre 1999


PUIROUX Guy

Mandataire agréé 93 3015

La présente invention concerne un procédé et une installation permettant, industriellement, la mise à l'état adsorbé, sur un support poreux, de certains composés actifs contenus dans des produits naturels ou synthétiques. Plus
5 précisément une telle opération sera effectuée après une phase préliminaire au cours de laquelle lesdits composés actifs seront extraits de ces produits à l'aide d'un solvant porté à pression supercritique, c'est-à-dire un fluide en état supercritique ou un liquide subcritique.

10 On sait en effet que les corps sont généralement connus sous trois états, à savoir solide, liquide ou gazeux et que l'on passe de l'un à l'autre en faisant varier la température et/ou la pression. Or il existe un point au-delà duquel on peut passer de l'état liquide à l'état gaz
15 ou vapeur sans passer par une ébullition ou à l'inverse par une condensation, mais de façon continue : ce point est appelé le point critique.

On sait également qu'un fluide en état supercritique, c'est-à-dire un fluide qui est dans un état caractérisé
20 soit par une pression et une température respectivement supérieures à la pression et à la température critiques dans le cas d'un corps pur, soit par un point représentatif (pression, température) situé au-delà de l'enveloppe des points critiques représentés sur un diagramme (pression,
25 température) dans le cas d'un mélange, présente, pour de très nombreuses substances, un pouvoir solvant élevé sans commune mesure avec celui observé dans ce même fluide à l'état de gaz comprimé. Il en est de même des liquides dits «subcritiques» c'est-à-dire des liquides qui se trouvent

dans un état caractérisé soit par une pression supérieure à la pression critique et par une température inférieure à la température critique dans le cas d'un corps pur, soit par une pression supérieure aux pressions critiques et une
5 température inférieure aux températures critiques des composants dans le cas d'un mélange (voir à ce sujet l'article de Michel PERRUT - Les Techniques de l'Ingénieur "Extraction par fluide supercritique, J 2 770 - 1 à 12, 1999").

10 Les variations importantes et modulables du pouvoir solvant des fluides supercritiques sont d'ailleurs utilisées dans de nombreux procédés d'extraction (solide/fluide), de fractionnement (liquide/fluide), de chromatographie analytique ou préparative, de traitement
15 des matériaux (céramiques, polymères,...). Des réactions chimiques ou biochimiques sont également réalisées dans de tels solvants. Il est à noter que les propriétés physico-chimiques du dioxyde de carbone ainsi que ses paramètres critiques (pression critique : 7,4 MPa et température
20 critique : 31°C) en font le solvant préféré dans de nombreuses applications, d'autant qu'il ne présente pas de toxicité et est disponible à très bas prix en très grande quantité. Solvant non polaire, le dioxyde de carbone porté à pression supercritique est parfois additionné d'un co-
25 solvant constitué notamment par un solvant organique polaire qui a pour fonction de modifier le pouvoir solvant de façon notable, surtout vis-à-vis de molécules présentant une certaine polarité, l'éthanol étant souvent utilisé à cette fin. Toutefois, certains composés sont plus

favorablement extraits par un hydrocarbure léger ayant de 2 à 5 atomes de carbone, et plus favorablement, de 2 à 4 atomes de carbone, à pression supercritique.

L'un des avantages principaux des procédés utilisant des fluides à pression supercritique en tant que solvants réside dans la facilité de réaliser la séparation entre le solvant et les extraits et solutés, ainsi qu'il a été décrit dans de nombreuses publications et, pour certains aspects importants de mise en oeuvre, dans le brevet français FR-A-2 584 618. Les propriétés intéressantes de ces fluides sont d'ailleurs utilisées depuis longtemps en extraction solide-fluide et fractionnement liquide-fluide, ainsi qu'il est décrit dans l'article cité précédemment.

On sait enfin que l'extraction de produits naturels par un fluide à pression supercritique conduit à des extraits de très grande qualité qui sont de plus en plus utilisés dans de nombreuses applications. Toutefois, ces extraits, comme d'ailleurs les extraits obtenus avec d'autres moyens comme par exemple l'extraction par solvant organique, se présentent souvent comme des produits très visqueux ou même pâteux, dont la manipulation n'est pas aisée ; si bien que leur incorporation dans des supports solides, le dosage et le mélange avec une matrice et, éventuellement d'autres principes actifs, au sein d'un excipient solide sont très difficiles. On est parfois contraint de les mettre en solution dans un solvant organique pour réaliser l'imprégnation d'un excipient solide, ce qui est regrettable puisque disparaît ainsi un avantage déterminant dans de nombreuses applications pour

lesquelles il y a lieu d'éviter tout contact du produit avec un solvant organique.

La présente invention a pour but de proposer des moyens permettant, à des fins de production industrielle, d'extraire des principes actifs d'intérêt notamment pharmaceutique, cosmétologique, diététique, de matières premières diverses dans lesquelles ils se trouvent dilués, en concentration variable, selon l'origine de ces matières premières et la période de leur récolte, comme c'est toujours le cas pour les produits d'origine naturelle, et de fixer l'extrait obtenu au cours de l'extraction dans une matrice poreuse adéquate par imprégnation en une seule et même opération.

Suivant l'invention on couple l'opération d'extraction par fluide à pression supercritique, avec une seconde opération au cours de laquelle on réalise, de façon simultanée, la séparation de l'extrait mélangé au fluide solvant et l'imprégnation d'un milieu poreux par cet extrait.

La présente invention a ainsi pour objet un procédé de mise à l'état adsorbé, sur un support poreux, de composés contenus dans un produit, dans lequel, au cours d'une première étape, on réalise l'extraction des composés en mettant en contact avec le produit au moins un fluide solvant à pression supercritique conduisant à l'obtention d'un mélange d'extraits et de fluide solvant, caractérisé en ce que, dans une seconde étape on élimine l'eau contenue dans le mélange d'extraits et de fluide solvant, on règle les conditions de température et de pression de façon à

obtenir, dans une enceinte, deux phases, à savoir une première phase essentiellement constituée du fluide solvant à l'état gazeux et une seconde phase constituée d'un mélange de liquides formé de fluide solvant et des extraits du produit, on fait percoler ces deux phases à travers un support poreux apte à adsorber les extraits, on vaporise le fluide solvant contenu dans la seconde phase.

Préférentiellement on assurera l'élimination de l'eau en faisant percoler le mélange d'extraits et de fluide solvant sur un lit de produit adsorbant apte à fixer l'eau de façon sélective.

Le fluide solvant pourra être constitué de dioxyde de carbone pur, de protoxyde d'azote ou d'un hydrocarbure léger comptant de 2 à 4 atomes de carbone. Le fluide solvant pourra être pur ou éventuellement additionné d'un ou plusieurs co-solvants. Ainsi le fluide solvant pourra notamment être constitué d'un mélange de dioxyde de carbone avec au moins un co-solvant constitué d'un alcool et préférentiellement d'éthanol, d'une cétone et préférentiellement d'acétone, d'un ester et préférentiellement d'acétate d'éthyle.

Préférentiellement la première étape d'extraction pourra être réalisée à une pression comprise entre 7,4 MPa et 80 MPa, et préférentiellement entre 10 MPa et 40 MPa, et à une température comprise entre 0°C et 80°C. De même la percolation des deux phases à travers le support poreux pourra être effectuée à une pression comprise entre 1 MPa et 10 MPa, et préférentiellement entre 4 MPa et 8 MPa, et à une température comprise entre 0°C et 80°C.

La présente invention a également pour objet une installation d'extraction/imprégnation du type comportant un extracteur contenant un produit dont on souhaite extraire les composés, qui est traversé à cet effet par au moins un fluide solvant à pression supercritique, caractérisé en ce qu'il comporte successivement, en aval de l'extracteur, des moyens d'élimination de l'eau contenue dans les composés extraits, des moyens aptes à créer, dans une enceinte d'imprégnation contenant un milieu poreux, deux phases, à savoir une première phase essentiellement constituée du fluide solvant à l'état gazeux et une seconde phase constituée d'un mélange de liquides formé de fluide solvant et des extraits du produit, de façon à réaliser l'adsorption par le milieu poreux des composés extraits. L'enceinte d'imprégnation pourra comporter des moyens d'apport d'enthalpie, notamment constitués d'une double enveloppe à circulation de fluide caloporteur.

L'installation pourra également comporter, en aval de l'enceinte d'imprégnation, des moyens de condensation du fluide solvant.

Dans une variante de mise en oeuvre de l'invention l'extracteur pourra être constitué d'une colonne de fractionnement fonctionnant à contre-courant, adaptée au traitement de matières premières liquides.

On décrira ci-après, à titre d'exemples non limitatifs, diverses formes d'exécution de la présente invention, en référence à la figure unique annexée qui représente de façon schématique une installation permettant de mettre en oeuvre le procédé suivant l'invention.

Comme il a été décrit en détail dans l'article et le brevet cités précédemment, on sait que les procédés d'extraction et de fractionnement utilisant un fluide à pression supercritique comprennent deux étapes successives:

5 une première étape au cours de laquelle le fluide solvant est mis en contact avec la matière première à traiter, dans des conditions de pression et de température telles que son pouvoir solvant vis-à-vis des composés à extraire est élevé, et une seconde étape durant laquelle le fluide est

10 placé dans des conditions de pression et de température telles que son pouvoir solvant est très faible vis-à-vis des produits qu'il a extraits de la matière première lors de l'étape antérieure, ce qui permet la séparation de ces extraits, le fluide étant ensuite recyclé. A la différence

15 des mises en oeuvre classiques consistant à séparer les deux phases obtenues lors de cette seconde étape dans des séparateurs gravitaires ou inertiels, le procédé selon l'invention consiste à faire percoler le mélange de ces deux phases au sein d'un milieu poreux.

20 On a remarqué que si l'on opère sans précaution particulière, les extraits ne se répartissent pas de façon homogène sur et à l'intérieur du milieu poreux et, même en procédant à l'agitation de ce milieu poreux s'il est sous forme pulvérulente ou granulaire, par exemple à l'aide

25 d'une turbine en rotation, on obtient en général des grumeaux de taille variable résultant de l'agglomération des particules du milieu poreux par les extraits qui, au lieu de pénétrer dans les pores, restent en surface sans répartition homogène. De plus, les produits naturels,

susceptibles d'être avantageusement traités par un procédé de ce type, ayant toujours une certaine teneur en eau, les extraits contiennent toujours de l'eau dont la présence complique leur adsorption sur les supports poreux ou
5 excipients car la plupart de ceux-ci ont une grande affinité pour l'eau, si bien que leur structure et leurs propriétés mécaniques sont gravement altérées par l'eau ainsi apportée par le fluide en même temps que les extraits visés.

10 Par contre, lorsque l'on piège l'eau, notamment par un adsorbant sélectif, et que l'on opère ensuite l'imprégnation du milieu poreux dans des conditions de pression et de température déterminées, on constate que, de façon surprenante, les extraits imprègnent ce milieu poreux
15 de manière très homogène et reproductible, donnant par exemple naissance à une poudre non collante et présentant une bonne fluidité dans le cas où le milieu poreux initial présente également ces caractéristiques.

On décrira ci-après, en regard de la figure unique un
20 exemple d'installation permettant de mettre en oeuvre le procédé suivant l'invention.

Cette installation est dérivée d'une unité classique d'extraction par fluide à pression supercritique destinée au traitement de matières solides en discontinu. Elle
25 comprend un extracteur 1 contenant un panier 2 destiné à recevoir la matière première à traiter, et une pompe à membrane 3 qui distribue du dioxyde de carbone liquide à la pression de travail, au travers d'un échangeur de chaleur 4 permettant de chauffer le fluide à la température de

travail. A la différence des installations classiques d'extraction par fluide à pression supercritique, le fluide sortant de l'extracteur 1 est conduit dans un récipient 5 qui contient un milieu poreux adsorbant sélectif de l'eau, tel que notamment du tamis moléculaire 3A. Le fluide qui est dans les mêmes conditions de pression et de température que celles régnant dans l'extracteur 1, percole à travers le milieu poreux où il abandonne l'eau qu'il contient.

Le récipient 5 est réuni à une vanne de détente 8 par l'intermédiaire d'un échangeur réchauffeur 7. La sortie de la vanne 8 est reliée au fond d'une enceinte d'imprégnation 9 qui contient le milieu poreux 10 dans lequel on souhaite adsorber les extraits. L'enceinte 9 comporte des moyens de chauffage constitués par exemple d'une double enveloppe 11 dans laquelle circule un fluide caloporteur, ce qui permet d'avoir une bonne vaporisation du fluide solvant. On a donc dans ces conditions, dans l'enceinte d'imprégnation 9, une phase gazeuse constituée par du fluide solvant et une phase liquide constituée des extraits et du fluide solvant.

Le milieu poreux 10 est choisi en fonction de l'utilisation ultérieure que l'on souhaite faire du produit final, que ce soit un milieu granulaire ou pulvérulent particulièrement adapté pour une utilisation en diététique, en pharmacie ou en cosmétique, ou un milieu massif. Dans le cas le plus fréquent où ce milieu se présente sous forme granulaire ou pulvérulente, une mise en oeuvre particulièrement avantageuse consiste à agiter ce milieu poreux au sein de l'enceinte d'imprégnation 9 par tout moyen adéquat, par exemple au moyen d'une turbine 14 mue

par un moteur électrique 16 via un système d'entraînement magnétique 18.

La partie supérieure de l'enceinte 9 est réunie à la pompe 3 au travers d'un condenseur 12.

5 On peut bien entendu, suivant l'invention, utiliser tout autre système de séparation, et on pourrait remplacer l'extracteur 1 par une colonne de fractionnement permettant le traitement de matières premières à l'état liquide en continu ou en discontinu, le fluide sortant de la colonne
10 étant traité de la même manière que celle décrite précédemment.

Dans une variante de l'invention, on utilise une pompe annexe pour introduire dans l'extracteur 1 un ou plusieurs co-solvants organiques permettant de modifier le
15 pouvoir solvant et la polarité du fluide solvant. Souvent, on choisit d'additionner de l'éthanol qui peut être de qualité alimentaire ou CODEX selon la destination des produits ainsi élaborés. On peut aussi favorablement utiliser comme co-solvant un hydrocarbure léger ayant entre
20 2 et 8 atomes de carbone. Dans le cas où l'on utilise un co-solvant, on choisira naturellement un milieu poreux qui n'est pas altéré par ce co-solvant. De plus, en fin d'opération d'extraction-imprégnation, on prendra soin de balayer le milieu poreux avec du fluide solvant pur sans
25 co-solvant afin d'éliminer le co-solvant adsorbé.

On a constaté que, dans ces conditions, l'on obtenait une excellente diffusion du fluide au travers des pores du milieu poreux et corrélativement l'entraînement dans ces derniers des extraits et leur adsorption dans les pores.

Un apport d'enthalpie est requis pour maintenir une quantité constante de fluide à l'état liquide au sein de l'enceinte d'imprégnation 9, à mesure qu'est injecté le fluide provenant de l'extraction et qu'est donc vaporisé un
5 débit identique de fluide qui sort de cette enceinte à l'état gazeux. Cet apport d'enthalpie doit être soigneusement réglé afin d'éviter soit, s'il est insuffisant, l'accumulation de fluide liquéfié dans le récipient d'imprégnation qui finirait par ressortir sous
10 cette forme liquide en emportant une partie des extraits, soit, s'il est trop important, la vaporisation totale du fluide et la précipitation non contrôlée des extraits.

Comme il sera illustré dans les exemples suivants de mise en oeuvre du procédé et de l'installation selon
15 l'invention, il est surprenant de réaliser l'extraction et d'obtenir une imprégnation très homogène de différents excipients par les extraits en une seule opération, sans avoir jamais à manipuler les extraits eux-mêmes, ce qui ne peut qu'éviter tout risque de dégradation par oxydation à
20 l'air ou par l'exposition à la chaleur, puisque tout contact avec l'air est évité et l'ensemble des opérations est conduit à une température voisine de l'ambiante.

On décrira ci-après plusieurs exemples de l'invention qui ont été mis en oeuvre avec l'installation précédemment
25 décrite et dont les paramètres de fonctionnement étaient les suivants :

Volume du panier 2	: 0,5 l
Débit de la pompe 3	: 1 à 5 kg/h
Pression de travail	: de l'ordre de 30 MPa

	Température de travail	: entre 10°C et 80°C
	Contenu du récipient 5	: 100g de zéolithe 3A
	Volume de l'enceinte d'imprégnation 9	: 4,5 l
5	Matériau poreux	: poudre de maltodextrine de qualité alimentaire obtenue par hydrolyse partielle d'amide de maïs.
10	Vitesse de rotation de la turbine 18	: 120 tours/minute

Exemple 1: Extraction et imprégnation de KAVA-KAVA:

Kava-kava est le nom local d'un arbuste sauvage des îles du Pacifique, identifié comme *Piper methysticum* ou *Piper wichmannu*, dont les racines contiennent des produits de grand intérêt pharmacologique appelés kavalactones, largement utilisés sous différentes formes comme tranquillisant et euphorisant naturel.

L'extraction a été conduite sur 100 g de poudre de racines séchées, broyées vers 200 μ m environ, avec un débit de 3 kg/h de dioxyde de carbone à 25 MPa et 40°C, et a fourni un extrait qui se présente comme une pâte très visqueuse jaune foncé à odeur caractéristique. Après adsorption de l'eau le fluide a été détendu à 6 MPa et injecté par le bas dans l'enceinte d'imprégnation 9 contenant 100 g de maltodextrine. On a observé que le gaz comprimé sortant par le haut de l'enceinte 9 possédait une température constante voisine de 40°C en régime établi. Après avoir poursuivi l'opération pendant 510 min, l'enceinte d'imprégnation 9 a été décomprimée et l'on a récupéré dans celle-ci 114,8 g d'une poudre jaune vif, présentant l'odeur caractéristique de l'extrait de kava-kava et coulant sans problème en l'absence de tout grumeau

ou agglomérat, idéale pour la fabrication de comprimés, en mélange éventuel avec un excipient ou d'autres principes actifs. Un échantillon de cette poudre a été réextrait au chloroforme et analysé par chromatographie en phase gazeuse. On a constaté que l'extrait fixé sur la maltodextrine était constitué de 89% en masse de kavalactones dont l'identification permet de vérifier que l'abondance relative de chacun de ces composés est conforme avec ce qui est trouvé dans un extrait classique. Ceci confirme donc à la fois la haute sélectivité de l'extraction par le dioxyde de carbone à pression supercritique et la fixation complète de l'extrait sur la maltodextrine.

Exemple 2: Extraction et imprégnation de KAVA-KAVA:

On a procédé à une seconde opération dans des conditions identiques à celles utilisées dans l'exemple 1, à la différence que, cette fois, la masse initiale de maltodextrine était de 50 g seulement. Après 510 min d'opération on a obtenu 65,6 g de poudre dont les caractéristiques sont identiques à celles de la poudre obtenue à l'exemple 1, à la différence que sa couleur et son odeur sont plus intenses. L'analyse de l'extrait fixé a révélé un pourcentage en kavalactones de 91% en masse, avec une répartition entre les différents composés quasi identique à celle observée dans l'exemple précédent. Ceci montre que l'on peut charger la maltodextrine d'au moins 30% en masse d'extrait.

Exemple 3: Extraction et imprégnation de KAVA-KAVA :

On a procédé à une troisième opération dans des conditions identiques à celles utilisées dans l'exemple 2, à la différence que, cette fois, on a choisi un milieu poreux
5 composé d'un mélange intime de poudres de maltodextrine et de lécithine de soja de qualité alimentaire, à raison de 45 g de maltodextrine pour 5 g de lécithine. La masse initiale de milieu poreux a été fixée à 50 g. Après 510 min d'opération on a obtenu 64,2 g de poudre, dont les
10 caractéristiques se sont révélées voisines de celles de la poudre obtenue à l'exemple 1, à la différence que sa couleur et son odeur sont plus intenses. L'analyse de l'extrait fixé a conduit à un pourcentage en kavalactones de 90% en masse, avec une répartition entre les différents
15 composés quasi identique à celle observée dans l'exemple précédent. Cette poudre présente ainsi l'avantage, par rapport aux poudres obtenues dans les exemples 1 et 2, de se disperser plus facilement dans l'eau, donnant lieu à un trouble ressemblant à celui obtenu en diluant du pastis
20 dans l'eau. On peut donc non seulement l'utiliser dans des formulations sèches, telles que les comprimés, mais également sous forme d'une poudre à délayer dans l'eau pour préparer une potion buvable.

Exemple 4: Extraction et imprégnation d'un épice
25 (Curcuma):

L'extraction a été conduite sur une masse totale de 800 g du Curcuma moulu, répartie en 4 lots de 200 g placés successivement dans l'extracteur 1 avec un débit de 2,4kg/h de dioxyde de carbone à 40°C et 29 MPa. Après élimination

de l'eau ce dernier a été détendu à 5 MPa et injecté par le bas dans l'enceinte d'imprégnation 9 contenant une masse de 400 g de maltodextrine qui a été imprégnée successivement avec les extraits issus des quatre lots. Après avoir
5 poursuivi l'opération pendant quatre périodes de 50 min chacune, l'on a récupéré 445 g d'une poudre orangée très homogène, présentant l'odeur et le goût caractéristique de l'extrait du Curcuma.

Exemple 5: Extraction et imprégnation d'un mélange
10 d'épices (Poivre noir + Paprika doux).

On a procédé à une opération d'extraction et imprégnation des épices dans des conditions identiques à celles utilisées dans l'exemple 4, à la différence que, cette fois, la charge était constituée d'un mélange de 180
15 g de poivre et de 20 g de paprika. Après avoir passé 8,4 kg de dioxyde de carbone, on a obtenu 412 g de poudre rouge très homogène en l'absence de grumeau ou agglomérat.

REVENDEICATIONS

1.- Procédé de mise à l'état adsorbé, sur un support poreux, de composés contenus dans un produit, dans lequel, au cours d'une première étape, on réalise l'extraction des
5 composés en mettant en contact avec le produit au moins un fluide solvant à pression supercritique conduisant à l'obtention d'un mélange d'extraits et de fluide solvant, caractérisé en ce que, dans une seconde étape :

- on élimine l'eau contenue dans le mélange
10 d'extraits et de fluide solvant,

- on règle les conditions de température et de pression de façon à obtenir, dans une enceinte (9), deux phases, à savoir une première phase essentiellement constituée du fluide solvant à l'état gazeux et une seconde
15 phase constituée d'un mélange de liquides formé de fluide solvant et des extraits du produit,

- on fait percoler ces deux phases à travers un support poreux apte à adsorber les extraits,

- on vaporise le fluide solvant contenu dans la
20 seconde phase.

2.- Procédé suivant la revendication 1 caractérisé en ce que l'on assure l'élimination de l'eau en faisant percoler le mélange d'extraits et de fluide solvant sur un lit de produit adsorbant apte à fixer l'eau de façon
25 sélective.

3.- Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2 caractérisé en ce que le fluide solvant est constitué de dioxyde de carbone, de protoxyde d'azote ou d'un hydrocarbure léger ayant de 2 à 8 atomes de carbone.

4.- Procédé suivant l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que le fluide solvant est un fluide pur.

5.- Procédé selon l'une des revendications 1 à 3
5 caractérisé en ce que le fluide solvant est additionné d'au moins un co-solvant.

6.- Procédé suivant la revendication 5 caractérisé en ce que le co-solvant est constitué d'un alcool et préféralement d'éthanol, et/ou d'une cétone et
10 préféralement d'acétone, et/ou d'un ester et préféralement d'acétate d'éthyle.

7.- Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que la première étape d'extraction est réalisée à une pression comprise entre 7,4
15 MPa et 80 MPa, et préféralement entre 10 MPa et 40 MPa, et à une température comprise entre 0°C et 80°C.

8.- Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que la percolation des deux phases à travers le support poreux est effectuée à une
20 pression comprise entre 1 MPa et 10 MPa, et préféralement entre 4 MPa et 8 Mpa, et à une température comprise entre 0°C et 80°C.

9.- Installation d'extraction/imprégnation du type comportant un extracteur (1) contenant un produit dont on
25 souhaite extraire les composés, qui est traversé à cet effet par au moins un fluide solvant à pression supercritique, caractérisé en ce qu'il comporte successivement, en aval de l'extracteur (1), des moyens (5) d'élimination de l'eau contenue dans les composés extraits,

des moyens aptes à créer, dans une enceinte d'imprégnation (9) contenant un milieu poreux, deux phases, à savoir une première phase essentiellement constituée du fluide solvant à l'état gazeux et une seconde phase constituée d'un
5 mélange de liquides formé de fluide solvant et des extraits du produit, de façon à réaliser l'adsorption par le milieu poreux des composés extraits.

10.- Installation suivant la revendication 9 caractérisée en ce que l'enceinte d'imprégnation (9)
10 comporte des moyens d'apport d'enthalpie (11).

11.- Installation suivant la revendication 10 caractérisée en ce que les moyens d'apport d'enthalpie sont constitués d'une double enveloppe (11) à circulation de fluide caloporteur.

15 12.- Installation suivant l'une des revendications 9 à 11 caractérisée en ce que l'extracteur (1) est constitué d'une colonne de fractionnement fonctionnant à contre-courant, adaptée au traitement de matières premières liquides.

20 13.- Installation suivant l'une des revendications 9 à 12 caractérisée en ce qu'elle comporte des moyens d'injection d'un co-solvant organique au sein du fluide solvant.

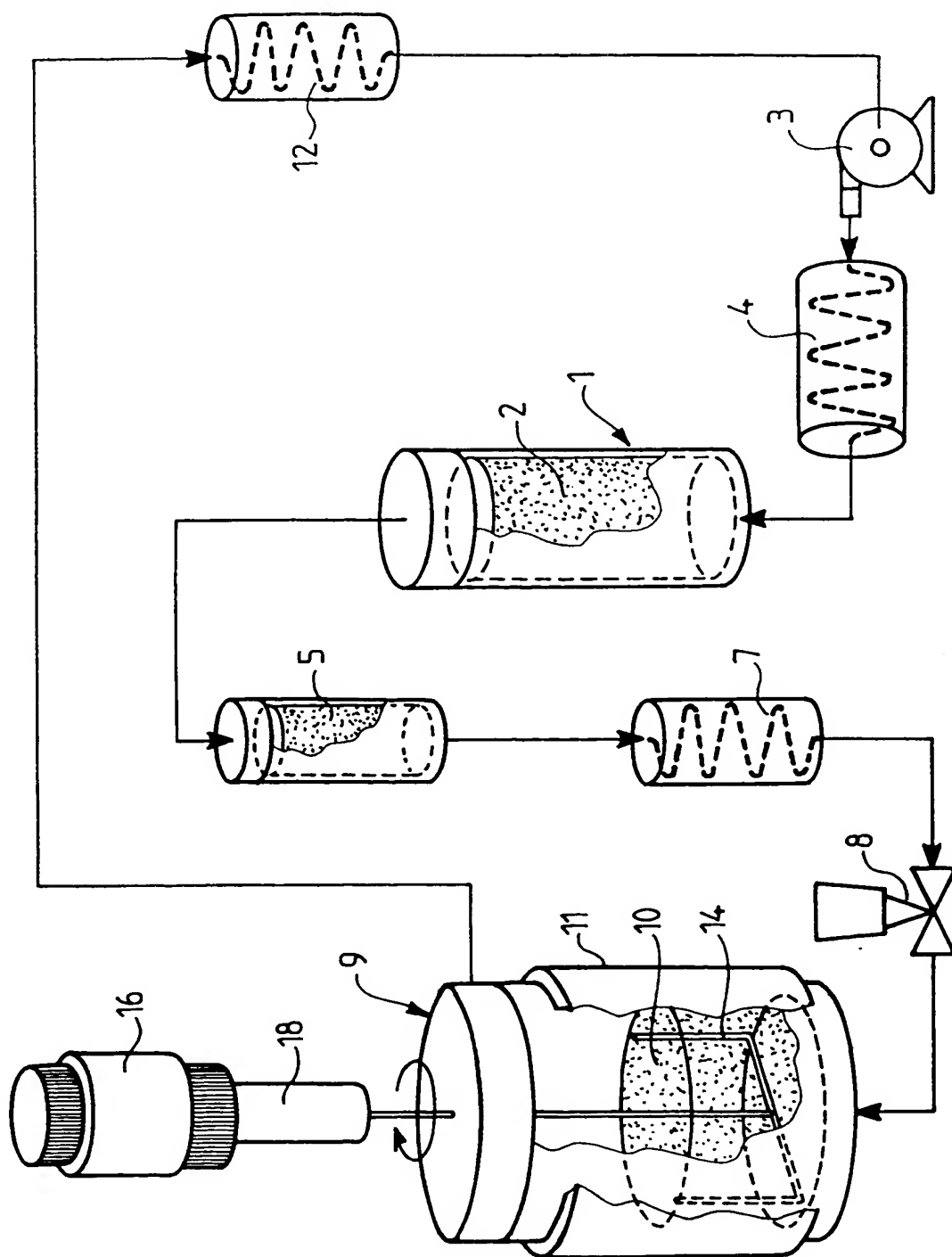


FIGURE UNIQUE

